

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局(43) 国際公開日  
2004年1月22日 (22.01.2004)

PCT

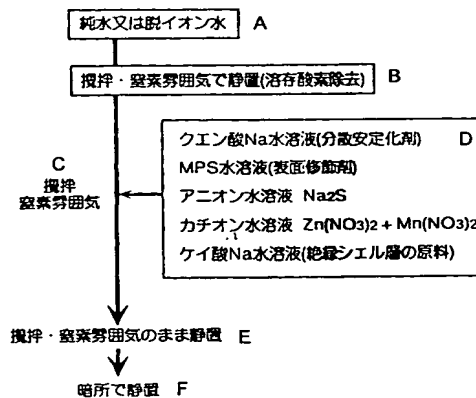
(10) 国際公開番号  
WO 2004/007636 A1

- (51) 国際特許分類<sup>7</sup>: C09K 11/08, 11/56  
(21) 国際出願番号: PCT/JP2003/009032  
(22) 国際出願日: 2003年7月16日 (16.07.2003)  
(25) 国際出願の言語: 日本語  
(26) 国際公開の言語: 日本語  
(30) 優先権データ:  
特願2002-207287 2002年7月16日 (16.07.2002) JP  
(71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 双葉電子工業株式会社 (FUTABA CORPORATION) [JP/JP]; 〒297-0033 千葉県 茂原市 大芝 6 2 9 Chiba (JP). 学校法人 慶應義塾 (KEIO UNIVERSITY) [JP/JP]; 〒108-8345 東京都 港区 三田二丁目 1 5 番 4 5 号 Tokyo (JP).  
(72) 発明者; および  
(75) 発明者/出願人(米国についてののみ): 磯部 徹彦 (ISOBE, Tetsuhiko) [JP/JP]; 〒223-0061 神奈川県 横浜市 港北区 日吉三丁目 1 4 番 1 号 慶應義塾大学理工学部内 Kanagawa (JP). 服部 靖 (HATTORI, Yasushi) [JP/JP]; 〒223-0061 神奈川県 横浜市 港北区 日吉三丁目 1 4 番 1 号 慶應義塾大学理工学部内 Kanagawa (JP). 伊藤 茂生 (ITO, Shigeo) [JP/JP]; 〒297-0033 千葉県 茂原市 大芝 6 2 9 双葉電子工業株式会社内 Chiba (JP). 高橋 尚光 (TAKAHASHI, Hisamitsu) [JP/JP]; 〒297-0033 千葉県 茂原市 大芝 6 2 9 双葉電子工業株式会社内 Chiba (JP).  
(74) 代理人: 川崎 隆夫 (KAWASAKI, Takao); 〒105-0001 東京都 港区 虎ノ門 1 丁目 9 番 2 号 東相ビル 8 階 Tokyo (JP).

[続葉有]

(54) Title: COMPOSITE NANOPARTICLE AND PROCESS FOR PRODUCING THE SAME

(54) 発明の名称: 複合ナノ粒子及びその製造方法



- A...PURE WATER OR DEIONIZED WATER  
B...STIRRING/STANDING IN NITROGEN ATMOSPHERE (REMOVAL OF DISSOLVED OXYGEN)  
C...STIRRING NITROGEN ATMOSPHERE  
D...AQUEOUS SODIUM CITRATE SOLUTION (DISPERSION STABILIZER)  
AQUEOUS MPS SOLUTION (SURFACE MODIFIER)  
AQUEOUS ANION SOLUTION, Na<sub>2</sub>S  
AQUEOUS CATION SOLUTION, Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> + Mn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>  
AQUEOUS SODIUM SILICATE SOLUTION (MATERIAL FOR INSULATING SHELL)  
E...STIRRING/STANDING IN NITROGEN ATMOSPHERE  
F...STANDING IN DARK

(57) **Abstract:** Composite nanoparticles which are nanocrystal particles independently dispersed stably in a suspension in a high concentration while being prevented from agglomerating. A given amount of pure water or deionized water is introduced into a reaction vessel. Nitrogen gas is passed through the vessel at a nitrogen flow rate of 300 cm<sup>3</sup>/min for a given period while stirring the contents with a stirrer to remove the oxygen dissolved in the pure water. Thereafter, the water is allowed to stand in a nitrogen atmosphere. Subsequently, while the nitrogen atmosphere inside the reaction vessel is maintained, sodium citrate as a dispersion stabilizer, an aqueous MPS solution as a surfactant, and an aqueous anion solution and aqueous cation solution which are to be coprecipitated as nanocrystals are added in this order with stirring. There to is added an aqueous sodium silicate solution. The resultant mixture is stirred and allowed to stand in the dark in the nitrogen atmosphere. A vitrification inhibitor may be added to control the growth of a vitreous surface layer.

[続葉有]

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局(43) 国際公開日  
2004 年 1 月 22 日 (22.01.2004)

PCT

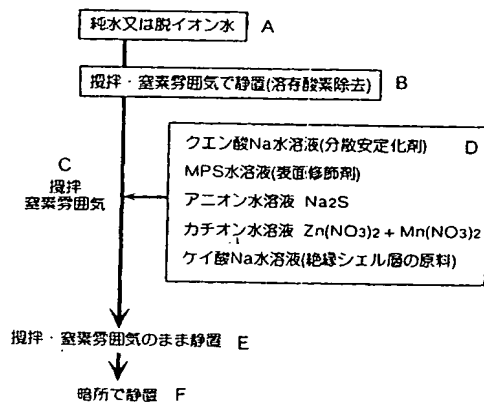
(10) 国際公開番号  
WO 2004/007636 A1

- (51) 国際特許分類<sup>7</sup>: C09K 11/08, 11/56
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2003/009032
- (22) 国際出願日: 2003 年 7 月 16 日 (16.07.2003)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:  
特願2002-207287 2002 年 7 月 16 日 (16.07.2002) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 双葉電子工業株式会社 (FUTABA CORPORATION) [JP/JP]; 〒297-0033 千葉県 茂原市 大芝 6 2 9 Chiba (JP). 学校法人 慶應義塾 (KEIO UNIVERSITY) [JP/JP]; 〒108-8345 東京都 港区 三田二丁目 1 5 番 4 5 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 磯部 徹彦 (ISOBE, Tetsuhiko) [JP/JP]; 〒223-0061 神奈川県 横浜市 港北区 日吉三丁目 1 4 番 1 号 慶應義塾大学理工学部内 Kanagawa (JP). 服部 靖 (HATTORI, Yasushi) [JP/JP]; 〒223-0061 神奈川県 横浜市 港北区 日吉三丁目 1 4 番 1 号 慶應義塾大学理工学部内 Kanagawa (JP). 伊藤 茂生 (ITO, Shigeo) [JP/JP]; 〒297-0033 千葉県 茂原市 大芝 6 2 9 双葉電子工業株式会社内 Chiba (JP). 高橋 尚光 (TAKAHASHI, Hisamitsu) [JP/JP]; 〒297-0033 千葉県 茂原市 大芝 6 2 9 双葉電子工業株式会社内 Chiba (JP).
- (74) 代理人: 川崎 隆夫 (KAWASAKI, Takao); 〒105-0001 東京都 港区 虎ノ門 1 丁目 9 番 2 号 東相ビル 8 階 Tokyo (JP).

/ 続葉有 /

(54) Title: COMPOSITE NANOPARTICLE AND PROCESS FOR PRODUCING THE SAME

(54) 発明の名称: 複合ナノ粒子及びその製造方法



- A...PURE WATER OR DEIONIZED WATER  
 B...STIRRING/STANDING IN NITROGEN ATMOSPHERE (REMOVAL OF DISSOLVED OXYGEN)  
 C...STIRRING NITROGEN ATMOSPHERE  
 D...AQUEOUS SODIUM CITRATE SOLUTION (DISPERSION STABILIZER)  
 AQUEOUS MPS SOLUTION (SURFACE MODIFIER)  
 AQUEOUS ANION SOLUTION, Na<sub>2</sub>S  
 AQUEOUS CATION SOLUTION, Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> + Mn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>  
 AQUEOUS SODIUM SILICATE SOLUTION (MATERIAL FOR INSULATING SHELL)  
 E...STIRRING/STANDING IN NITROGEN ATMOSPHERE  
 F...STANDING IN DARK

(57) Abstract: Composite nanoparticles which are nanocrystal particles independently dispersed stably in a suspension in a high concentration while being prevented from agglomerating. A given amount of pure water or deionized water is introduced into a reaction vessel. Nitrogen gas is passed through the vessel at a nitrogen flow rate of 300 cm<sup>3</sup>/min for a given period while stirring the contents with a stirrer to remove the oxygen dissolved in the pure water. Thereafter, the water is allowed to stand in a nitrogen atmosphere. Subsequently, while the nitrogen atmosphere inside the reaction vessel is maintained, sodium citrate as a dispersion stabilizer, an aqueous MPS solution as a surfactant, and an aqueous anion solution and aqueous cation solution which are to be coprecipitated as nanocrystals are added in this order with stirring. Thereto is added an aqueous sodium silicate solution. The resultant mixture is stirred and allowed to stand in the dark in the nitrogen atmosphere. A vitrification inhibitor may be added to control the growth of a vitreous surface layer.

/ 続葉有 /



(81) 指定国 (国内): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI 特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告書

(84) 指定国 (広域): ARIPO 特許 (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア特許 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ特許

2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

---

(57) 要約:

ナノ粒子同士の凝集を防ぎ、高濃度で、サスペンション中にナノクリスタル粒子一つ一つが安定に分散された複合ナノ粒子を得る。反応容器内に純水又は脱イオン水を定量入れ、窒素ガスフローを行う。条件は窒素ガスを  $300 \text{ cm}^3/\text{min}$  の流量で所定時間いれながらスターラーで攪拌、純水中の溶存酸素を除去した後、窒素雰囲気中で静置する。次に、反応容器内を窒素雰囲気に保ち、攪拌しながら分散安定剤としてのクエン酸ナトリウム、表面活性剤としての MPS 水溶液、ナノクリスタルとして共沈させるためのアニオン水溶液、カチオン水溶液を順に添加する。その後、珪酸ナトリウム水溶液を添加した後、攪拌後窒素雰囲気のまま暗所で静置する。その際、ガラス化防止剤を添加することで表面のガラス層の成長を制御する場合もある。